

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 11-323268

(43)Date of publication of application : 26.11.1999

(51)Int.Cl.

C09J 7/02

C09J 11/06

C09J161/28

(21)Application number : 10-131769

(71)Applicant : NITTO DENKO CORP

(22)Date of filing : 14.05.1998

(72)Inventor : HANAI TAKAOMI

TANIMOTO SHOICHI

OKUNO TOSHIMITSU

(54) FLAME RETARDANT ADHESIVE TAPE

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a flame retardant adhesive tape or electronic parts using it, not generating toxic halogenous gas in burning, and not containing antimony influential in human bodies.

SOLUTION: When a flame retardant adhesive tape is provided with a adhesion mass layer comprising a phosphate ester-based flame retardant α and melamine-based resin particles β on at least one surface of a base material, the adhesion mass layer or this invention comprises 45-250 pts.wt. of the sum of the flame retardant α and the resin particles β based on 100 pts.wt. base polymer, so as to have the ratio (α/β) of 0.2-5.

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平11-323268

(43)公開日 平成11年(1999)11月26日

(51)Int.Cl.⁶
C 0 9 J 7/02
11/06
161/28

識別記号

F I
C 0 9 J 7/02
11/06
161/28

Z

審査請求 未請求 請求項の数5 O L (全 5 頁)

(21)出願番号 特願平10-131769

(22)出願日 平成10年(1998)5月14日

(71)出願人 000003964

日東電工株式会社

大阪府茨木市下穂積1丁目1番2号

(72)発明者 花井 啓臣

大阪府茨木市下穂積1丁目1番2号 日東
電工株式会社内

(72)発明者 谷本 正一

大阪府茨木市下穂積1丁目1番2号 日東
電工株式会社内

(72)発明者 奥野 敏光

大阪府茨木市下穂積1丁目1番2号 日東
電工株式会社内

(54)【発明の名称】 難燃性粘着テープ

(57)【要約】

【課題】 本発明は、難燃性粘着テープに関し、燃焼時に有毒であるハロゲン系ガスを発生しない、また人体に影響のあるアンチモンを含まない難燃性粘着テープ、もしくはそれを利用した電子部品類に関する。

【解決手段】 基材の少なくとも片面に、リン酸エステル系難燃剤 α とメラミン系樹脂粒子 β を含む粘着剤層が設けられてなる難燃性粘着テープであって、該粘着剤層中のベースポリマー100重量部に対して上記 $\alpha + \beta$ が45~250重量部、かつ α / β が0.2~5となるよう配合されてなる。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 基材の少なくとも片面に、リン酸エステル系難燃剤 α とメラミン系樹脂粒子 β を含む粘着剤層が設けられてなる難燃性粘着テープであって、該粘着剤層中のベースポリマー100重量部に対して上記 $\alpha + \beta$ が45~250重量部、かつ α / β が0.2~5となるように配合されてなることを特徴とする難燃性粘着テープ。

【請求項2】 酸素指数が21以上であることを特徴とする請求項1記載の難燃性粘着テープ。

【請求項3】 ハロゲン系難燃剤を含有せず、かつハロゲンイオン濃度が10ppm以下であることを特徴とする請求項1又は2記載の難燃性粘着テープ。

【請求項4】 請求項1~3いずれかに記載の難燃性粘着テープが、電子部品類の接着固定に用いられることを特徴とする電子部品用難燃性粘着テープ。

【請求項5】 請求項1~3いずれかに記載の難燃性粘着テープが、電子部品類に接着されてなる電子部品類。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、難燃性粘着テープに関し、燃焼時に有毒であるハロゲン系ガスを発生しない、また人体に影響のあるアンチモンを含まない難燃性粘着テープ、もしくはそれを利用した電子部品類に関する。

【0002】

【従来の技術】例えば電子部品、またはそれらを構成する材料に対して、その安全上の基準として、UL規格合格を求められることが多くなって来ており、その中でも難燃性の規格合格を要求される場合も多い。例えば、電子部品などに使用される電気絶縁テープのUL規格として、UL510があり、本規格に合格する高い難燃特性が求められている。また、他の難燃性規格に関しても同様である。

【0003】この粘着テープに難燃性を付与するためには、従来より、ハロゲン系の難燃剤と酸化アンチモンとを併用することにより難燃化するのが一般的であったが、ハロゲン系の難燃剤は燃焼時に人体に毒性のあるハロゲン系ガスを発生することや、機器などを腐食せしめる原因となることがあり、ハロゲン系難燃剤を使用しないタイプの難燃化方法の検討が急がれている。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】このハロゲン系難燃剤を使用しない難燃化方法として、他の高分子材料（プラスチック材料）の分野では水酸化マグネシウムや水酸化アルミニウム等の水和金属化合物を配合することが知られているが、粘着テープに期待する難燃効果を得るために、ベースのポリマーに、多量に配合しなければならず、それにより粘着特性が損なわれるという問題があった。また、難燃剤としてポリリン酸アンモニウムなど

の含窒素リン化合物と赤リンとの混合物を用いた粘着テープが提案されている（特開平8-193187号）が、難燃効果を向上させるため赤リンを使用しているため、ホスフィンガスが発生するという問題があった。

【0005】

【課題を解決するための手段】本発明は、かかる課題を解決するためになされたものであり、特定の配合のリン酸エステル系難燃剤 α とメラミン系樹脂粒子 β を粘着剤層中に用いることにより、赤リンなどを使用しなくても十分な難燃効果が得られ、かつハロゲンガスやホスフィンガスが発生せず、さらに良好な粘着特性を併せ持つ難燃性粘着テープが得られることを見出し、本発明に至ったものである。

【0006】即ち本発明は、基材の少なくとも片面に、リン酸エステル系難燃剤 α とメラミン系樹脂粒子 β を含む粘着剤層が設けられてなる難燃性粘着テープであって、該粘着剤層中のベースポリマー100重量部に対して上記 $\alpha + \beta$ が45~250重量部、かつ α / β が0.2~5となるように配合されてなることを特徴とする難燃性粘着テープに係るものである。

【0007】

【発明の実施の形態】本発明においては、粘着剤層中にベースポリマー100重量部に対してリン酸エステル系難燃剤 α とメラミン系樹脂粒子 β とがその合計量 $\alpha + \beta$ が45~250重量部、好ましくは60~200重量部となるように配合することを特徴とする。この $\alpha + \beta$ の配合量が多すぎると、粘着剤層の凝集性の低下や粘着特性の低下を招き、糊とられ、剥がれ、固定能力不足などの不具合を生じるおそれがある。一方、少なすぎると難燃性の効果が低くなり、規格上の難燃特性を満足しなくなる場合がある。さらに本発明においては、上記リン酸エステル系難燃剤 α とメラミン系樹脂粒子 β との配合比 α / β が0.2~5、好ましくは0.25~4となるように配合することを特徴とする。かかる配合比 α / β がこの範囲にないと、難燃としての相乗効果が得られず難燃特性を満足できなくなる。

【0008】ここでリン酸エステル系難燃剤 α は、特に限定されないが通常そのリン含有量が5~10重量%であり、具体的には例えばトリクロレジルfosfate、トリフェニルfosfate、トリキシレニルfosfate、クレジルジフェニルfosfate、クレジルジ2.6キシリニルfosfate、芳香族縮合リン酸エステルなどが挙げられる。またメラミン樹脂粒子 β は、特に限定されないが通常その平均粒子径が0.3~2.5μmの硬化樹脂球状微粉体であり、具体的には例えばメラミン・ホルムアルデヒド縮合物などが挙げられる。

【0009】ここで、用いられるベースポリマーとしては、特に限定されないが通常アクリル系ポリマーやゴム系ポリマーが用いられ、例えばアクリル系ポリマーとし

ては、例えばアクリル酸ブチルなどのアクリル酸アルキルエステルモノマーとアクリル酸などの官能基含有モノマーとの共重合体などが挙げられ、ゴム系ポリマーとしては天然ゴム、ポリイソブチレン、イソブレンゴムなど、またSBRやSEBSなどのエラストマーなどが挙げられる。

【0010】本発明の粘着テープの上記粘着剤層には、必要に応じて、水酸化マグネシウムや水酸化アルミニウムなどの水和金属化合物を少量添加することにより、難燃性をさらに向上させることもできる。また、難燃特性を損なわない範囲で、粘着特性などの向上のため、ロジン系樹脂などの各種粘着付与剤などを添加することもできる。また、必要に応じてポリイソシアネート系などの架橋剤を混合して凝集力や耐熱性を向上させることもできる。

【0011】この粘着剤層が設けられる基材は、特に限定されず、例えばポリエステル、ポリプロピレンなどのプラスチックフィルム、紙、不織布などの他、耐熱性のあるポリイミド、ポリアミド、ポリアセテートなどの単体あるいはこれらの複合基材、また場合によりエポキシ樹脂などを含浸させたものなどが挙げられる。上記粘着剤層は、この基材の少なくとも片面、すなわち片面あるいは両面にそれぞれ单層もしくは複層に塗布などにより設けることができる。なお、かかる基材も難燃性を有することが好ましい。

【0012】本発明の難燃性粘着テープは、その難燃性の指標としてその酸素指数が21以上、好ましくは25以上であることが望ましい。この酸素指数が21未満では、可燃性となる場合があり、自己消火性もなくなる恐れがある。

【0013】本発明の難燃性粘着テープは、ハロゲン系難燃剤を含有せず、かつハロゲンイオン濃度が10ppm以下、好ましくは5ppm以下が望ましく、ハロゲンイオン濃度が高すぎると本発明の粘着テープが使用される場所や条件により被適用物の腐食が生じる場合があり、特に電子部品類などに使用する際に注意が必要となる。

【0014】本発明の難燃性粘着テープは、その用途が難燃性を要求される限り特に限定されないが、特にハロゲンガスにより悪影響を受けやすい各種電子部品用に好適に用いられ、電子部品類に接着されて電子部品類を構成する。かかる電子部品類は特に限定されないが、例えば、トランスの層間絶縁、外装絶縁などが挙げられる。

【0015】

【発明の効果】以上のように本発明の難燃性粘着テープによれば、良好な難燃特性と粘着特性を併せ持ち、さらにハロゲンガスやホスフィンガスなどの有毒ガスの発生がないという効果がある。

【0016】

【実施例】以下、本発明を実施例にもとづいて説明す

る。以下、部とあるのは重量部を意味する。

実施例1

アクリル酸ブチルとアクリル酸の共重合体（重量平均分子量約60万）からなるアクリル系ポリマーの固形分100部に対して、トリクレジルfosfate（商品名：TCP、大八化学工業社製）を50部、及びメラミン樹脂粒子（商品名：エポスターS12、日本触媒

社製）を50部配合して得た粘着剤を、ポリイソシアネート系架橋剤3部を加えて攪拌後、ポリエステルフィルム（25μm厚）の片面に乾燥後の厚さが30μmになるように塗布して、本発明の難燃性粘着テープを得た。

【0017】実施例2

アクリル酸ブチルとアクリル酸の共重合体（重量平均分子量約60万）からなるアクリル系ポリマーの固形分100部に対して、トリクレジルfosfate（商品名：TCP、大八化学工業社製）を20部、及びメラミン樹脂粒子（商品名：エポスターS12、日本触媒社製）を80部配合して得た粘着剤を、ポリイソシアネート系架橋剤3部を加えて攪拌後、ポリエステルフィルム（25μm厚）の片面に乾燥後の厚さが30μmになるように塗布して、本発明の難燃性粘着テープを得た。

【0018】実施例3

アクリル酸ブチルとアクリル酸の共重合体（重量平均分子量約60万）からなるアクリル系ポリマーの固形分100部に対して、トリクレジルfosfate（商品名：TCP、大八化学工業社製）を80部、及びメラミン樹脂粒子（商品名：エポスターS12、日本触媒社製）を20部配合して得た粘着剤を、ポリイソシアネート系架橋剤3部を加えて攪拌後、ポリエステルフィルム（25μm厚）の片面に乾燥後の厚さが30μmになるように塗布して、本発明の難燃性粘着テープを得た。

【0019】実施例4

天然ゴム100部に対して、トリクレジルfosfate（商品名：TCP、大八化学工業社製）を50部、及びメラミン樹脂粒子（商品名：エポスターS12、日本触媒社製）を50部配合し、さらにテルペン系樹脂（商品名：YSレジンPX#115D、安原油脂工業社製）を50部、フェノール系の老化防止剤（商品名：ノクラックNS-6、大内新興化学社製）を1部を配合して得られた粘着剤を、ポリエステルフィルム（25μm厚）の片面に乾燥後の厚さが30μmになるように塗布して、本発明の難燃性粘着テープを得た。

【0020】比較例1

アクリル酸ブチルとアクリル酸の共重合体（重量平均分子量約60万）からなるアクリル系ポリマーの固形分100部に対して、ブロム系難燃剤（テトラビスフェノールA）を50部、三酸化アンチモン20部を配合しポリイソシアネート系架橋剤3部を加えて攪拌混合して得られた粘着剤を、ポリエステルフィルム（25μm厚）の

片面に乾燥後の厚さが $30\mu\text{m}$ になるように塗布して、難燃性粘着テープを得た。

【0021】比較例2

アクリル酸ブチルとアクリル酸の共重合体（重量平均分子量約60万）からなるアクリル系ポリマーの固形分100部に対して、プロム系難燃剤（デカブロモジフェニルエーテル）を50部、三酸化アルミニウム20部を配合しポリイソシアネート系架橋剤3部を加えて攪拌混合して得られた粘着剤を、ポリエステルフィルム（ $25\mu\text{m}$ 厚）の片面に乾燥後の厚さが $30\mu\text{m}$ になるように塗布して、難燃性粘着テープを得た。

【0022】比較例3

アクリル酸ブチルとアクリル酸の共重合体（重量平均分子量約60万）からなるアクリル系ポリマーの固形分100部に対して、トリクレジルフォスフェート（商品名：TCP、大八化学工業社製）を15部、メラミン樹脂粒子（商品名：エボスターS12、日本触媒社製）を15部配合し、さらにポリイソシアネート系架橋剤3部を加えて攪拌混合して得られた粘着剤を、ポリエステルフィルム（ $25\mu\text{m}$ 厚）の片面に乾燥後の厚さが $30\mu\text{m}$ になるように塗布して、難燃性粘着テープを得た。

【0023】比較例4

アクリル酸ブチルとアクリル酸の共重合体（重量平均分子量約60万）からなるアクリル系ポリマーの固形分100部に対して、トリクレジルフォスフェート（商品名：TCP、大八化学工業社製）を150部、メラミン樹脂粒子（商品名：エボスターS12、日本触媒社製）を150部を配合し、さらにポリイソシアネート系架橋剤3部を加えて攪拌混合して得られた粘着剤を、ポリエステルフィルム（ $25\mu\text{m}$ 厚）の片面に乾燥後の厚さが $30\mu\text{m}$ になるように塗布して、難燃性粘着テープを得た。

【0024】得られた難燃性粘着テープの諸特性を以下の方法で測定し、その結果を表1に示した。

〔接着力〕被着体としてステンレス板を用い、荷重2kgのローラーで一往復させて粘着テープを貼り合せた後、テンション試験機にて剥離速度 300mm/min にて測定した。

【0025】〔難燃試験〕UL規格（UL510）に準じ、燃焼試験を行い判定を行った。

【0026】〔絶縁破壊電圧〕JIS C 2107に準じ、絶縁破壊時の電圧を測定した

【0027】〔腐食性試験〕JIS K 2513に準じ、銅板腐食標準より変色番号にて判定した。

【0028】〔ハロゲンガス発生〕サンプル 20mg 前後を秤量して、燃焼フラスコにて燃焼させ、この時発生ガスを吸収液 25ml に吸収させて、イオンクロマトにて分析して、ハロゲンガスの発生を調べた。この際、 100ppm を越えるものを、ハロゲンガス発生と判定した。

【0029】〔酸素指数〕JIS K 7201に準じ測定した。

【0030】〔ハロゲンイオン濃度（純水煮沸抽出法）〕

・前処理

実施例及び比較例で得た粘着テープを、それぞれ 100cm^2 の大きさに切り取り測定試料とした。測定試料を 50ml の純水（導電率 $1\mu\text{S}$ 以下のイオン交換水）と共に蓋付きポリプロピレン製容器（純水で十分に洗浄したもの）に入れ、蓋を閉めた後、容器を煮沸した純水中に浸漬させ、煮沸水浴にて30分間抽出処理を行った。

・測定

抽出液に含まれているハロゲン化物イオン（Cl-、Br-、F-、I-）の濃度をイオンクロマトグラフィーを使用して測定した。

装置：DX-AQ1110（DIONEX）

溶離液： $2.7\text{mM-Na}_2\text{CO}_3$ 、 0.3mM-NaHCO_3

分離カラム：AS12

ガードカラム：AG12

【0031】

【表1】

項目	実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	比較例1	比較例2	比較例3	比較例4
$\alpha + \beta$ (重量部)	100	100	100	100	—	—	30	300
α / β	1	0.25	4	1	—	—	1	1
接着力 g/20mm	450	470	480	430	600	500	500	30
燃焼試験	合格	合格	合格	合格	合格	合格	不合格	合格
純線端部電圧 kV	7.8	7.6	7.2	7.3	8.1	7.8	7.3	7.4
腐食性試験	1	1	1	1	3	3	1	1
ハロゲンガス発生	無し	無し	無し	無し	有り	有り	無し	無し
酸素指数	2.7	2.6	2.8	2.8	2.8	2.8	2.0	2.9
ハロゲンイオン濃度 ppm	2	5	9	9	90	35	5	5